

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
24 janvier 2002 (24.01.2002)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 02/06411 A1

(51) Classification internationale des brevets⁷ :
C09D 105/14, A01C 1/06

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR01/02313

(22) Date de dépôt international : 17 juillet 2001 (17.07.2001)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
00/09376 18 juillet 2000 (18.07.2000) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : **ULICE**
(UNITE DE LABORATOIRE POUR L'INNOVATION
DANS LES CEREALES) [FR/FR]; ZAC "Les Portes de
Riom", B.P. 173, F-63204 Riom (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **DESPRE,**
Denis [FR/FR]; 5, boulevard de la Liberté, F-63200 Riom
(FR). **ROYER, Francis** [FR/FR]; 38, avenue du Camp Ro-
main, F-37380 Nouzilly (FR).

(74) Mandataires : **GROSSET-FOURNIER, Chantal** etc.;
Grosset-Fournier & Demachy SARL, 20, rue de Maubeuge,
F-75009 Paris (FR).

(81) États désignés (national) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ,
BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ,
DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,
MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL,
TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

(84) États désignés (régional) : brevet ARIPO (GH, GM, KE,
LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), brevet eurasien
(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen
(AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU,
MC, NL, PT, SE, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,
CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

- avec rapport de recherche internationale
- avant l'expiration du délai prévu pour la modification des
revendications, sera republiée si des modifications sont
reçues

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abrégia-
tions, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et
abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de
la Gazette du PCT.

WO 02/06411 A1

(54) Title: USE OF HETEROXYLANS FOR PREPARING FILM-FORMING COMPOSITIONS

(54) Titre : UTILISATION D'HETEROXYLANES POUR LA PREPARATION DE COMPOSITIONS FILMOGENES

(57) Abstract: The invention concerns the use of heteroxylans for preparing film-forming compositions designed to wrap food products, pharmaceutical products, chemical products or agro-based products.

(57) Abrégé : La présente invention concerne l'utilisation d'hétéroxylylans pour la préparation d'une composition filmogène destinée à recouvrir des produits alimentaires, des produits pharmaceutiques, des produits chimiques ou des produits agro-industriels.

UTILISATION D'HETEROXYLANES POUR LA PREPARATION DE COMPOSITIONS FILMOGENES

5 La présente invention se rapporte à l'utilisation d'hétéroxylandes pour la préparation de compositions filmogènes, destinées à recouvrir des produits, notamment des produits comestibles tels que des produits alimentaires ou pharmaceutiques, ou des produits de l'agriculture tels que des semences.

Les hétéroxylandes sont présents en grande quantité dans les sons de maïs (partie
10 périphérique des grains de maïs), sous-produits de l'industrie semoulière, mais on les trouve également en quantité significative dans les sons de seigle et de riz. La majorité de ces sons de maïs est actuellement destinée à l'alimentation animale, et une très faible quantité est utilisée comme source de fibre alimentaire. Les sons de maïs sont constitués principalement de cellulose (10 à 20%) et d'hétéroxylandes (40 à 50%). De forts rendements d'extraction (jusqu'à
15 90%) des hétéroxylandes contenus dans le son de maïs, peuvent être obtenus sans diminution apparente de la masse moléculaire du polymère.

Les hétéroxylandes sont généralement extraits en milieu alcalin ; selon des variantes du procédé d'extraction des hétéroxylandes, trois grandes catégories d'hétéroxylandes peuvent être obtenues, à savoir les hétéroxylandes de grade C, B ou A, correspondant respectivement à des
20 produits non purifiés, moyennement purifiés et très purifiés.

Les hétéroxylandes sont des polysaccharides végétaux, localisés dans les parois cellulaires (polysaccharides pariétaux) et appartenant au groupe des hémicelluloses. Ce sont les polysaccharides pariétaux non-cellulosiques les plus abondants. La structure des hétéroxylandes est représentée dans la figure 1. Ils comprennent un squelette linéaire de
25 xylopyranoses liés en β 1-4 substitués par des chaînes latérales, de nature et de nombre variable. La liaison glycolique de type β 1-4 assure à la chaîne une conformation relativement étendue. La conformation en hélice du xylane β 1-4 est plus flexible que celle de la cellulose, malgré une similitude du xylose et du glucose, car elle n'est stabilisée que par une seule liaison hydrogène alors qu'il en existe deux dans le cas de la cellulose. Cette liaison s'établit
30 entre l'hydrogène du groupement hydroxyle en position 3 d'un résidu xylose, et l'oxygène en position 5 du cycle suivant. Lorsque les xyloses sont substitués, ils le sont sur leur oxygène en position 3 et plus rarement sur leur oxygène en position 2. La nature des chaînes latérales, leur

proportion et leur mode de branchement sur le squelette de xylose, sont des éléments structuraux qui diffèrent d'un hétéroxylane à l'autre.

Dans les hétéroxylanes provenant de sons de maïs, le xylose constitue environ la moitié des oses représentés, l'arabinose environ le tiers, d'où leur appellation d'arabinoxylanes. Le galactose, l'acide glucuronique et l'acide férulique en sont les autres constituants. La masse molaire des hétéroxylanes varie entre 100 000 et 250 000 g/mol, cette variabilité s'expliquant notamment par des différences intervenues dans le mode d'extraction utilisé ou, dans la méthode d'analyse utilisée afin de déterminer les sucres composant l'hétéroxylane analysé. Leur degré de polymérisation est donc compris entre 700 et 1800.

10 Dans la demande de brevet japonais n° 93/333476, les hétéroxylanes sont utilisés en cosmétique, afin d'augmenter l'adhésion sur la peau des constituants des produits cosmétiques.

Les molécules filmogènes ou supports utilisés dans l'art antérieur pour recouvrir ou enrober des produits alimentaires ou pharmaceutiques sont décrits ci-dessous, ainsi que leurs propriétés mécaniques, sensorielles et de barrière à l'eau. On entend notamment par propriété
15 mécanique d'une molécule filmogène, la résistance que présente ladite molécule filmogène ou ledit support à des compressions ou tractions. On entend notamment par propriétés sensorielles d'une molécule filmogène ou d'un support, les propriétés présentées au niveau du toucher, du goût ou de l'odorat.

Les supports d'origine protéique, par exemple ceux à base de gélatine ou de protéine
20 laitière, présentent de bonnes propriétés mécaniques et sensorielles, mais de médiocres propriétés de barrière à l'eau.

Les supports d'origine lipidique, par exemple les lécithines ou les liposomes, présentent de médiocres propriétés mécaniques et sensorielles, mais d'excellentes propriétés de barrière à l'eau.

25 Les supports d'origine glucidique, par exemple ceux à base d'amidon, ou d'amidon modifié, les maltodextrines, les cyclodextrines, les gommes arabiques ou autres gommes, les dérivés de cellulose tels que l'hydroxypropylméthylcellulose (HPMC), la méthylcellulose (MC), l'hydroxypropylcellulose (HPC), l'hydroxyéthylcellulose (HEC), la carboxyméthylcellulose (CMC) etc... présentent de bonnes propriétés mécaniques et
30 sensorielles, mais de médiocres propriétés de barrière à l'eau.

Les supports d'origine glucidique sont généralement les plus utilisés pour la réalisation d'enrobages, et principalement d'enrobages comestibles. En raison de leur caractère hydrophile, les supports d'origine glucidique constituent une barrière efficace aux huiles et matières grasses. Ils sont généralement peu résistants à l'eau et leurs propriétés de barrière à

l'humidité sont médiocres. Il est possible d'ajouter aux supports des molécules hydrophiles, plus petites et moins volatiles, telles que des molécules de glycérol ou de polyol (molécules permettant d'assouplir le support), afin d'augmenter l'espace intermoléculaire entre les molécules du support, de diminuer la résistance mécanique et surtout d'augmenter la

5 déformabilité et la flexibilité du support.

A ce jour, les principaux supports d'origine glucidique utilisés dans les techniques d'enrobage sont :

- les carraghénanes, l'agar-agar et autres gommés,
- les amidons et amidons modifiés,
- 10 - la cellulose et les formes estérifiées de la cellulose,
- les gommés d'acacia, également appelées gommés arabiques.

Les gommés d'acacia ou gommés arabiques, sont principalement utilisées comme agent de glaçage ou de micro-encapsulation des arômes. Elles donnent des films clairs et transparents, mais très cassants et sensibles à l'eau.

15 Le pelliculage des semences a été élaboré au début des années 1980 pour appliquer des doses exactes de produit phytosanitaire de manière uniforme autour de la semence. Le pelliculant est généralement un mélange en phase aqueuse d'un polymère, jouant le rôle de "colle" et de divers adjuvants permettant au pelliculant d'être adapté au système d'application. Des matières actives peuvent être incorporées dans ces films, notamment des produits

20 phytosanitaires.

Des exemples de compositions filmogènes utilisées dans l'art antérieur pour recouvrir ou enrober des produits de l'agriculture tels que des semences sont décrits ci-dessous.

Ainsi, le brevet français 2 730 131 concerne une composition filmogène destinée à l'enrobage ou au pelliculage de semences en vue d'assurer leur protection au cours du

25 vieillissement, en particulier lors du stockage, ladite composition filmogène comprenant par exemple une substance filmogène telle que l'hydroxypropylméthylcellulose ou la gomme arabique, avec un agent anti-oxydant. En outre, différentes matières actives comme des produits phytosanitaires, peuvent être additionnées aux compositions filmogènes.

Le brevet français 2 777 421 décrit un procédé de traitement d'une semence destiné à

30 permettre la fixation sur ladite semence d'au moins une matière active phytosanitaire, par pelliculage d'une composition filmogène adhésive, ladite composition comprenant notamment un polymère filmogène tel qu'un polymère vinylique.

Cependant le dépôt, à la surface de la semence, de pelliculants contenant des produits phytosanitaires est susceptible de modifier les caractéristiques de germination et d'émergence de la semence, et peut se traduire par une croissance perturbée ou ralentie de la jeune plante.

L'un des buts de la présente invention est de fournir des compositions filmogènes
5 capables de recouvrir des produits aussi divers que des produits alimentaires ou pharmaceutiques, ou des produits de l'agriculture tels que des semences.

L'un des autres buts de l'invention est de fournir des compositions filmogènes présentant une structure très stable et des propriétés constantes vis-à-vis des différentes agressions subies lors des procédés agro-industriels (variations de pH, de température,
10 cisaillement etc...)

L'un des autres buts de l'invention est de fournir des compositions filmogènes comprenant un produit phytosanitaire pour le pelliculage ou l'enrobage de semences, et permettant aux semences ainsi pelliculées ou enrobées de conserver leur qualité germinative.

Dans sa généralité, l'invention a pour objet l'utilisation d'hétéroxyloxyanes pour la
15 préparation d'une composition filmogène destinée à recouvrir des produits alimentaires, des produits pharmaceutiques, des produits chimiques ou des produits agro-industriels.

Par « recouvrir », on désigne notamment le gommage, l'encapsulation, l'enrobage ou le pelliculage des produits alimentaires, pharmaceutiques, chimiques et agro-industriels.

Les produits alimentaires sont notamment choisis dans le groupe constitué par les
20 amandes, les arômes, les pralines, le chocolat, les fruits, les vitamines ou les dragées.

Les produits pharmaceutiques sont notamment des principes actifs présentés sous la forme de comprimés, granulés ou gélules.

Les produits chimiques sont notamment les rodenticides, les produits cancérigènes, les produits allergisants, ou les produits phytosanitaires tels que les engrais, les pesticides, les
25 herbicides, les fongicides ou les insecticides.

Les produits agro-industriels sont notamment choisis dans le groupe constitué par les bulbes, les oignons ou les tubercules.

De façon générale, le but du gommage, de l'encapsulation, de l'enrobage ou du pelliculage d'un produit est de recouvrir ledit produit d'une couche protectrice afin de l'isoler
30 du milieu extérieur, et ainsi de le protéger par exemple de l'oxygène, de l'eau ou des rayons UV.

A titre d'exemple, le gommage d'un produit alimentaire tel qu'une amande, a notamment pour but de :

- lisser la surface de l'amande en formant une pellicule pour favoriser le dépôt et la cristallisation du sucre lors de la fabrication de dragées (dragéification),
- de créer une barrière pour arrêter l'exsudation de corps gras de l'amande,
- d'éviter les brisures durant l'étape de turbinage effectuée lors de la dragéification.

5 Dans le domaine de la pharmacie, l'encapsulation permet notamment la protection d'un principe actif par une pellicule. L'ensemble des composés destinés à protéger ledit principe actif sont mélangés au début du procédé d'encapsulation, lequel aboutit à la mise en place d'une pellicule permettant la protection du principe actif.

Associés à leur capacité d'émulsion et surtout de stabilité d'émulsion, les hétéroxylanes
10 permettent également d'encapsuler des arômes, des vitamines ou autres molécules liposolubles telles que les acides gras polyinsaturés (oméga 3 etc...). Pour obtenir une encapsulation efficace de molécules liposolubles à l'aide d'hétéroxylanes, une bonne dispersion de la phase liposoluble de la molécule liposoluble dans la phase hydrosoluble de l'hétéroxylane est nécessaire. Cette dispersion doit être stable avant encapsulation. Elle est
15 possible grâce aux propriétés stabilisantes d'émulsion des hétéroxylanes. Pour effectuer l'encapsulation, la technique d'atomisation est couramment utilisée du fait de sa flexibilité et de son faible coût d'exploitation. Les hétéroxylanes permettent ainsi de protéger des composés lipidiques vis à vis de la lumière, de l'humidité etc... .

L'enrobage permet généralement de masquer les goûts et les odeurs d'un produit
20 alimentaire ou pharmaceutique. Il apporte la forme finale du produit ainsi enrobé, et permet une utilisation facilitée par rapport au produit non enrobé. Pour les applications pharmaceutiques, l'enrobage permet notamment une protection vis-à-vis des muqueuses et une libération prolongée du principe actif. La cohésion de l'enrobage est possible grâce aux interactions entre macromolécules des hétéroxylanes et du produit que l'on cherche à enrober,
25 quelle que soit l'origine (protéique, lipidique ou glucidique) des molécules du produit que l'on cherche à enrober.

Le pelliculage consiste à déposer en surface du produit à recouvrir une pellicule de polymères dans laquelle sont éventuellement incluses différentes substances actives.

Ainsi, selon un mode de réalisation avantageux de l'invention, les hétéroxylanes
30 permettent notamment la réalisation de gommage et de dragéification dans le domaine de la confiserie ou de la pharmacie.

Dans le domaine de la confiserie, le caractère brillant et la régularité d'aspect des hétéroxylanes permettent des applications de brillançage et de glaçage (dragées, pralines,

chocolat...). Ils peuvent également être utilisés comme vernis pour des fruits (raisins...) et autres éléments décoratifs sur des produits alimentaires.

Dans le domaine de la pharmacie, les hétéroxylyanes peuvent être utilisés pour l'obtention de comprimés pelliculés ou granulés enrobés. Selon un mode de réalisation
5 avantageux de l'invention, les principes actifs encapsulés à l'aide des hétéroxylyanes présentent des effets retard et une libération contrôlée desdits principes actifs où la cinétique de libération est dépendante du pH, pelliculage gastrosoluble (pH 5) ou entérosoluble (pH 6-7).

Dans le domaine de la chimie, les hétéroxylyanes peuvent également être utilisés pour
10 protéger l'utilisateur du contact avec certains produits plus ou moins toxiques. Ainsi, des engrais, des pesticides, des composés chimiques ou biologiques dangereux peuvent être encapsulés à l'aide des hétéroxylyanes.

Selon un mode de réalisation avantageux de l'invention les hétéroxylyanes proviennent notamment de sons de maïs, de seigle, de riz ou de leur mélange, et comprennent notamment
15 du xylose et de l'arabinose.

La présente invention a également pour objet des produits alimentaires, produits pharmaceutiques, produits chimiques ou produits agro-industriels gommés, encapsulés, enrobés ou pelliculés à l'aide d'une composition filmogène comprenant des hétéroxylyanes, provenant notamment de sons de maïs, de seigle, de riz ou de leur mélange, et comprenant
20 notamment du xylose et de l'arabinose.

Selon un mode de réalisation avantageux de l'invention, les produits ainsi gommés, encapsulés, enrobés ou pelliculés sont caractérisés en ce que :

- les produits alimentaires sont notamment choisis dans le groupe constitué par les amandes, les arômes, les pralines, le chocolat, les fruits, les vitamines ou les dragées,
- 25 – les produits pharmaceutiques sont notamment des principes actifs présentés sous la forme de comprimés, granulés ou gélules,
- les produits chimiques sont notamment les rodenticides, les produits cancérigènes, les produits allergisants, ou les produits phytosanitaires tels que les engrais, les pesticides, les herbicides, les fongicides ou les insecticides,
- 30 – les produits agro-industriels sont notamment choisis dans le groupe constitué par les bulbes, les oignons ou les tubercules.

Selon un autre mode de réalisation avantageux de l'invention, la composition filmogène destinée au gommage, à l'encapsulation, à l'enrobage ou au pelliculage des produits tels que définis ci-dessus, comprend en outre l'un au moins des éléments suivants :

- des glucides, notamment du saccharose ou du sirop de glucose,
- un agent filmogène additionnel, notamment protéique tel que la gélatine ou le gluten, ou notamment glucidique tel qu'un dérivé de cellulose,
- un agent de charge, notamment choisi dans le groupe constitué par l'amidon, la cellulose, les maltodextrines ou les charges minérales telles que les sels de calcium, de sodium ou de potassium,
- un anti-oxydant tel que l'acide ascorbique, le tocophérol, le butylhydroxyanisol (BHA) ou le butylhydroxytoluène (BHT),
- un plastifiant tel que le glycol,
- un colorant, notamment un pigment organique tel qu'un pigment azoïque (rouge orangé), arylamine (jaune), phtalocyanine (bleu, vert), le carmin de cochenille ou le rouge de betterave, ou un pigment minéral tel que l'oxyde de titane (blanc) ou l'oxyde de fer (rouge),
- des arômes.

Selon un autre mode de réalisation avantageux de l'invention, la composition filmogène destinée au gommage, à l'encapsulation, à l'enrobage ou au pelliculage des produits tels que définis ci-dessus, comprend :

- une quantité d'hétéroxylanes d'environ 1% à environ 40% en poids par rapport au poids total de la composition filmogène, notamment d'environ 3% à environ 30%, et de préférence d'environ 5% à environ 20%,
- une quantité de glucides d'environ 0% à environ 20% en poids par rapport au poids total de la composition, notamment d'environ 5% à environ 10%,
- une quantité d'agent de charge d'environ 0% à environ 5% en poids par rapport au poids total de la composition, notamment d'environ 1% à environ 3%,
- une quantité de colorant d'environ 0% à environ 3% en poids par rapport au poids total de la composition, notamment d'environ 1% à environ 2%,
- une quantité d'eau d'environ 60% à environ 99% en poids par rapport au poids total de la composition, notamment d'environ 75% à environ 90%.

Selon un autre mode de réalisation avantageux de l'invention, la composition filmogène comporte un agent phytosanitaire, notamment choisi dans le groupe constitué par les engrais, les pesticides, les herbicides, les fongicides ou les insecticides, et est destinée à l'encapsulation, à l'enrobage ou au pelliculage de bulbes, d'oignons, de tubercules ou de semences, notamment de semences potagères choisies dans le groupe constitué par les semences de carotte, de tomate, de chou, de poireau, de chicorée, de betterave, de laitue, de courge, de concombre, d'épinard ou de haricot, ou de semences de grande culture choisies

dans le groupe constitué par le maïs, le colza, le tournesol ou le blé, ou d'autres semences telles que les semences de tabac ou de fleurs.

Dans ce qui suit, la semence désigne tout organe (graine, akène ...) issu de la multiplication sexuée que l'on met en terre, terreau ou tout autre substrat pour qu'il germe.

5 La germination d'une semence débute essentiellement au cours de la phase d'imbibition de la semence et se termine, au sens physiologique, par la percée radiculaire au travers des enveloppes de la semence.

On entend par levée d'une semence l'émergence de la tige et/ou des premières feuilles au-dessus du substrat qui recouvre la semence.

10 L'enrobage d'une semence consiste à modifier la taille et la forme d'une semence par un apport important de matière inerte, afin de permettre un semis de précision (un semis de précision correspond à une densité de semis particulière : nombre de graines déposées et distance entre les semis parfaitement définie). L'enrobage permet notamment de multiplier le poids de la semence d'environ 3 à environ 40. En général, on enrobe les semences aux formes
15 complexes, comme la betterave ou les semences de très petite taille comme la carotte, la tomate ou le tabac.

Le pelliculage d'une semence consiste à déposer en surface une fine pellicule de polymères dans laquelle sont éventuellement incluses différentes substances agrochimiques, telles que des produits phytosanitaires. La forme et la dimension des semences au cours du
20 pelliculage ne sont que très peu modifiées. Le pelliculage peut apporter jusqu'à environ 10% de poids supplémentaire aux semences.

Dans le domaine de l'agriculture, les semences après enrobage ou pelliculage à l'aide des compositions filmogènes de l'invention sont ainsi protégées, notamment contre les ravageurs et parasites des plantes comme les insectes ou les champignons.

25 La présente invention concerne également une composition filmogène caractérisée en ce qu'elle comprend :

- des hétéroxylanes, provenant notamment de sons de maïs, de seigle, de riz ou de leur mélange, et comprennent notamment du xylose et de l'arabinose et,
- un produit phytosanitaire, notamment choisi dans le groupe constitué par les engrais,
30 les pesticides, les herbicides, les fongicides ou les insecticides.

A titre d'exemple de produit phytosanitaire, on pourra notamment citer ceux comprenant les matières actives suivantes : oxadixyl, cymoxanil, fipronil, imidaclopride, téfluthrine, triticonazole, thirame, iprodione, métalaxyl.

Selon un mode de réalisation avantageux de l'invention, la composition filmogène telle que définie ci-dessus, comprenant des hétéroxylanes et un produit phytosanitaire est caractérisée en ce qu'elle comprend en outre l'un au moins des éléments suivants :

- 5 – un agent de charge, notamment choisi dans le groupe constitué par la silice, l'argile, le carbonate de calcium ou le mica,
- un tensio-actif, notamment choisi dans le groupe constitué par la silicone, les alcools polyéthoxylés ou les alcools fluorés,
- un épaississant, notamment choisi dans le groupe constitué par les épaississants acryliques ou les polysaccharides,
- 10 – un plastifiant tel que le glycol,
- un colorant, notamment un pigment organique tel qu'un pigment azoïque (rouge orangé), arylamine (jaune), phtalocyanine (bleu, vert), le carmin de cochenille ou le rouge de betterave, ou un pigment minéral tel que l'oxyde de titane (blanc) ou l'oxyde de fer (rouge),
- un dispersant tel qu'un dispersant acrylique ou un hexaméthaphosphate de sodium,
- 15 – un antigel tel qu'un antigel de type glycolé,
- un anti-mousse siliconé ou les cires.

Selon un autre mode de réalisation avantageux de l'invention, la composition filmogène de l'invention telle que définie ci-dessus, est caractérisée en ce qu'elle comprend :

- 20 – une quantité d'hétéroxylanes d'environ 1% à environ 40% en poids par rapport au poids total de la composition, notamment d'environ 3% à environ 30%, et de préférence d'environ 5% à environ 20%,
- une quantité de produits phytosanitaires d'environ 5% à environ 60% en poids par rapport au poids total de la composition, notamment d'environ 10% à environ 50%,
- une quantité d'eau d'environ 50% à environ 80% en poids par rapport au poids total
- 25 de la composition, notamment d'environ 60% à environ 70%.

La présente invention a également pour objet l'utilisation d'une composition filmogène telle que définie ci-dessus, comprenant des hétéroxylanes et un produit phytosanitaire, pour l'encapsulation, l'enrobage ou le pelliculage de semences, notamment de semences potagères choisies dans le groupe constitué par les semences de carotte, de tomate, de chou, de poireau,

30 de chicorée, de betterave, de laitue, de courge, de concombre, d'épinard ou de haricot, ou de semences de grande culture choisies dans le groupe constitué par le maïs, le colza, le tournesol ou le blé, ou d'autres semences telles que les semences de tabac ou de fleurs,

permettant une utilisation d'une quantité contrôlée de produit phytosanitaire, tout en assurant aux semences encapsulées, enrobées ou pelliculées le maintien d'un pourcentage de semences levées statistiquement non différent de celui présenté par les semences nues.

5 L'expression « quantité contrôlée » de produit phytosanitaire signifie que seule la quantité nécessaire de produit phytosanitaire pour protéger la semence et la jeune plante est utilisée. En effet, la technique de pelliculage, qui consiste à fixer le produit phytosanitaire au moyen de la composition filmogène telle que décrite ci-dessus, présente les avantages de permettre le dosage précis des matières actives sur chaque semence, et de ne pas porter atteinte à l'environnement.

10 Le pourcentage de semences levées indique la proportion en nombre des semences qui ont produit une jeune plante ayant percé la couche de substrat d'au moins 1 mm. A titre d'exemple, la couche de substrat est du sable ou de la terre, et désigne la couche de recouvrement de la semence.

15 Les semences nues désignent des semences dans leur état naturel, c'est-à-dire des semences qui ne sont pas encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide d'une quelconque composition filmogène.

Dans ce qui précède et dans ce qui suit, l'expression « pourcentage de semences levées statistiquement non différent du pourcentage de semences levées des semences nues » signifie que la proportion en nombre des semences ayant produit une jeune plante ayant percé la
20 couche de substrat d'au moins 1 mm est considérée comme non différente avec un risque de première espèce $\alpha = 0,05$ selon le test de Newman-Keuls (ITCF : Institut Technique des Céréales et Fourragères).

L'expression « maintien d'un pourcentage de semences levées statistiquement non différent de celui présenté par les semences nues » signifie que les semences encapsulées,
25 enrobées ou pelliculées à l'aide d'une composition filmogène telle que définie ci-dessus, contenant des hétéroxylanes et un produit phytosanitaire, présentent, au moment où le pourcentage de semences levées n'évolue plus, un pourcentage de semences levées statistiquement non différent de celui présenté par les semences nues.

30 Le moment où le pourcentage de semences levées des semences nues n'évolue plus désigne le moment à l'issue duquel le pourcentage maximum de semences levées des semences nues est atteint.

Ceci est également vrai pour les semences enrobées, encapsulées ou pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention ou de l'art antérieur.

Cependant le moment où ce pourcentage maximum est atteint par les semences encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide de compositions filmogènes contenant un produit phytosanitaire est retardé en raison de la présence du produit phytosanitaire. Le retard de levée traduit une perte de qualité germinative. Il est très important que le pourcentage maximum de semences levées soit atteint le plus rapidement possible, car les semences qui ne lèvent pas assez rapidement sont plus sensibles aux agressions biotiques telles que fonte et attaques par les insectes du sol, et aux agressions abiotiques telles que les variations de température ou d'humidité, et ainsi présentent une forte probabilité de ne jamais lever.

En outre, ce retard entraîne une perte d'homogénéité de la levée qui conduit à la perturbation de la production de plants, ou à une mauvaise implantation de la culture dans le cas d'une culture en plein champ.

Selon un mode de réalisation avantageux, dans les semences encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention, le pourcentage de semences levées est, au moment où le pourcentage de semences levées des semences nues n'évolue plus, supérieur à celui présenté par les semences encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide d'une composition filmogène contenant un pelliculant classique et un produit phytosanitaire.

Selon un autre mode de réalisation avantageux, dans les semences encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention le pourcentage de semences levées est, au moment où le pourcentage de semences levées des semences nues n'évolue plus, statistiquement non différent de celui présenté par les semences nues.

Selon un autre mode de réalisation avantageux, dans les semences encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention, le pourcentage maximum de semences levées est atteint plus rapidement que dans les semences encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide d'une composition filmogène, contenant un pelliculant classique et un produit phytosanitaire.

La présente invention a également pour objet une semence encapsulée, enrobée ou pelliculée à l'aide d'une pellicule obtenue par pulvérisation-séchage ou pulvérisation et séchage, d'une composition filmogène telle que définie ci-dessus, contenant des hétéroxylanes et un produit phytosanitaire, ladite pellicule présentant notamment les propriétés suivantes :

- une teneur en eau d'environ 5% à environ 15%,
- une épaisseur d'environ 0,1 μm à environ 5 mm, notamment d'environ 0,5 μm à environ 1 mm, et de préférence d'environ 0,5 μm à environ 50 μm .

La pulvérisation-séchage ou la pulvérisation et séchage sont des procédés connus pour pelliculer des formes solides par voie sèche. La pulvérisation-séchage consiste, dans le cas présent, à pulvériser sur les semences en mouvement la composition filmogène de l'invention, contenant des hétéroxylanes et un produit phytosanitaire, tandis qu'un flux d'air assure en permanence le séchage des graines. Dans le procédé de pulvérisation et séchage, l'étape de séchage intervient après celle de pulvérisation.

Selon un mode de réalisation avantageux de l'invention, la semence encapsulée, enrobée ou pelliculée telle que définie précédemment est notamment une semence potagère choisie dans le groupe constitué par les semences de carotte, de tomate, de chou, de poireau, de chicorée, de betterave, de laitue, de courge, de concombre, d'épinard ou de haricot, ou semence de grande culture choisie dans le groupe constitué par le maïs, le colza, le tournesol ou le blé, ou une autre semence telle que les semences de tabac ou de fleurs,

ladite semence ainsi encapsulée, enrobée ou pelliculée présentant la propriété de maintenir un pourcentage de semences levées statistiquement non différent de celui présenté par les semences nues.

L'invention concerne également des produits alimentaires, produits pharmaceutiques, produits chimiques ou produits agro-industriels gommés, encapsulés, enrobés ou pelliculés à l'aide d'une pellicule obtenue par pulvérisation-séchage d'une composition filmogène contenant des hétéroxylanes telle que définie ci-dessus, ladite pellicule présentant notamment les propriétés suivantes :

- une teneur en eau d'environ 5% à environ 15%,
- une épaisseur d'environ 0,1 μm à environ 5 mm, notamment d'environ 0,5 μm à environ 1 mm, et de préférence d'environ 0,5 μm à environ 50 μm .

Légende des figures

La figure 1 représente la structure schématique des hétéroxylanes extraits du son de maïs.

La figure 2 représente un schéma du protocole d'extraction des hétéroxylanes.

L'invention sera plus particulièrement illustrée à l'aide des exemples qui suivent, étant bien entendu que ces exemples ne sont nullement limitatifs.

EXEMPLE I : EXTRACTION ET PURIFICATION DES HETEROXYLANES

L'extraction et la purification des hétéroxylanes est représentée dans la figure 2.

L'extraction des hétéroxyanes est effectuée selon le protocole décrit par Chanliaud *et al.* (Journal of Cereal Science, 21, pp. 195-203, 1995). Des variantes ont été introduites pour permettre un procédé industriel et l'accès à différents grades (hétéroxyanes de grade A, B ou C).

5 Le matériel végétal utilisé, constitué de sons de maïs, présente les caractéristiques suivantes :

- MS (matière sèche) : 90%
- Hétéroxyanes : 38%
- TDF (Fibres diététiques totales, dosées par la méthode standard) : 70%
- 10 - Amidon : 21%.

1) Préparation des hétéroxyanes de grade C

Les hétéroxyanes de sons de maïs sont extraits en milieu alcalin (pH : 11-12), avec de la chaux (Ca(OH)_2 à saturation, potasse 1,5M) et à haute température (environ 90°C à environ 15 100°C pendant deux heures). Une séparation solide/liquide permet de séparer la solution riche en hétéroxyanes d'un mélange notamment composé de cellulose, de protéines et de glucides. La solution est neutralisée par ajout d'acide, et de préférence d'acide sulfurique ou d'acide chlorhydrique.

On obtient ainsi un extrait liquide d'hétéroxyanes de grade C, que l'on peut concentrer 20 afin d'obtenir un extrait d'hétéroxyanes de grade C contenant environ 15% de matière sèche. L'extrait ainsi obtenu peut ensuite être séché, de préférence par atomisation, afin d'obtenir une poudre d'hétéroxyanes de grade C, contenant environ 55% à environ 70 % d'hétéroxyanes de grade C, et une forte quantité de sel (environ 10% à environ 20%) et autres molécules telles que des polyphénols, des tanins susceptibles de colorer les hétéroxyanes.

25 Les hétéroxyanes de grade C (obtenus par extraction alcaline, séparation solide/liquide, neutralisation, concentration et séchage), correspondent à des produits non purifiés et sont principalement destinés à des applications agricoles et industrielles, comme par exemple les semences, engrais et pesticides...

30 2) Préparation des hétéroxyanes de grade B

L'extrait liquide d'hétéroxyanes de grade C tel qu'obtenu ci-dessus, à l'issue des étapes d'extraction alcaline, de séparation solide/liquide et de neutralisation, est soumis à une étape de déminéralisation, par ultrafiltration afin d'obtenir un extrait liquide d'hétéroxyanes de grade B, contenant un taux de sel inférieur à 3%.

L'extrait liquide d'hétéroxyanes de grade B ainsi obtenu, ou retentât d'ultrafiltration est ensuite concentré afin d'obtenir un extrait d'hétéroxyanes de grade B contenant environ 15% de matière sèche. L'extrait ainsi obtenu peut ensuite être séché, de préférence par atomisation, afin d'obtenir une poudre d'hétéroxyanes de grade B, contenant environ 71% à environ 80% d'hétéroxyanes, ladite poudre étant légèrement colorée et contenant toujours des polyphénols.

Cette richesse, associée aux caractéristiques des fibres solubles des hétéroxyanes, permet une utilisation des hétéroxyanes de grade B dans des applications diététiques. Ils peuvent également être utilisés dans des applications industrielles (telles que la papeterie, l'industrie textile) où une couleur claire est fortement demandée, et où la trop forte teneur en sel des hétéroxyanes de grade C pose des problèmes d'interaction avec les solvants et autres réactifs chimiques utilisés dans les procédés industriels.

3) Préparation des hétéroxyanes de grade A

L'extrait liquide d'hétéroxyanes de grade B contenant un taux de sel inférieur à 3%, obtenu tel que décrit ci-dessus, à l'issue des étapes d'extraction alcaline, de séparation solide/liquide, de neutralisation et de déminéralisation par ultrafiltration, est ensuite purifié par déssalage et décoloration, dans le but d'éliminer respectivement les sédiments présents dans l'extrait d'hétéroxyanes de grade B et sa couleur brun clair liée majoritairement à la présence de polyphénols.

Ainsi après l'étape de déminéralisation, les hétéroxyanes sont purifiés par précipitation dans l'éthanol, ou par passages successifs sur différentes résines échangeuses d'ions et ou résine d'adsorption.

D'autres voies de décoloration existent, notamment par utilisation d'oxydant puissant de type peroxyde d'hydrogène (H_2O_2). Le procédé retenu pour la mise à disposition d'hétéroxyanes destinés aux marchés agro-alimentaires n'utilise pas ce type d'agent, mais utilise des voies respectant le consommateur et l'environnement.

L'extrait d'hétéroxyanes obtenu à l'issue de l'étape de purification est séché, de préférence par atomisation, afin d'obtenir une poudre d'hétéroxyanes de grade A, présentant une teneur en hétéroxyanes de grade A supérieure à 81%. Les hétéroxyanes de grade A, blancs et neutres, correspondent à des produits très purifiés, et sont destinés aux différents enrobages rencontrés dans les industries agroalimentaires (dragéification, encapsulation d'arômes ou d'enzymes...) et dans les industries pharmaceutiques (dragéification de comprimés, encapsulation pour libération programmée, à effet retard...).

Les caractéristiques des hétéroxylanes de grade A, B et C sont décrites ci-dessous.

	<i>Hétéroxylanes Grade A</i>	<i>Hétéroxylanes Grade B</i>	<i>Hétéroxylanes Grade C</i>
Caractéristiques :	- relativement blanc - peu de goût parasite	- coloré et goût fort - contient polyphénols	- non consommable - forte teneur en sels
MS %	97 %	96 %	95 %
% hétéroxylanes	85% / MS	~ 70%-80% / MS	~ 60%-70% / MS
pH	~ 5	~ 5	6 à 7
cendres	< 2% / MS	< 3% / MS	~ 14% / MS
DO (1% - 400 nm)	< 0,20	~ 0,5	> 1,5
Applications	Alimentaires	Diététiques	Industrielles, non alimentaires

Ainsi, selon un mode de réalisation avantageux de l'invention, la catégorie
 5 d'hétéroxylanes utilisée est fonction du produit à recouvrir. Lorsque les hétéroxylanes sont destinés à recouvrir ou enrober des produits alimentaires (dragéification, encapsulation d'arômes par exemple) ou pharmaceutiques (dragéification de comprimés, encapsulation pour libération programmée, encapsulation pour libération à effet retard par exemple), on utilisera de préférence les hétéroxylanes de grade A. Lorsque les hétéroxylanes sont destinés à
 10 recouvrir ou pelliculer des produits de l'agriculture tels que des semences, on utilisera de préférence les hétéroxylanes de grade C.

EXEMPLE II : UTILISATION DES HETEROXYLANES POUR LA FABRICATION DE DRAGEES (DRAGEIFICATION).

15

Selon ce qui est communément admis dans l'état de la technique, la dragéification consiste à enrober un noyau - billettes extrudées (billes de céréales expansées, très alvéolées de densité de l'ordre de 0,3 kg/l, obtenues par cuisson extrusion), amandes, noisettes et autres fruits secs, dragées tendres (dragées de sucre ou gomme)- d'un sirop de sucre ou d'une
 20 couverture de chocolat.

L'exemple ci-dessous en rapport avec l'invention est effectué avec des hétéroxylanes de grade A pour enrober une amande (fabrication de dragées), contre un témoin réalisé avec de la gomme arabique (couramment utilisée pour la fabrication de dragées).

Les constituants de la composition filmogène de l'invention, et d'une composition filmogène classique sont indiqués ci-dessous.

Composition filmogène	Témoin (gomme arabique)	Invention (hétéroxylanes)
— Gomme arabique	150 g	-
— Hétéroxylanes (grade A)	-	150 g
— Sucre total	26 000 g	26 000 g
— Amidon de maïs	1 000 g	1 000 g
— Arôme vanille	50 g	50 g

5 Les quantités indiquées pour chaque composition filmogène sont utilisées pour 10 000 g d'amandes.

A) Procédé de préparation de la dragée.

10 Le gommage ou l'enrobage de l'amande à l'aide des compositions filmogènes telles que décrites ci-dessus est décrit ci-dessous.

-1- La première étape est le gommage et a pour objectif de lisser la surface de l'amande en bouchant les trous et en formant une pellicule pour favoriser le dépôt et la cristallisation du sucre. Cette étape vise surtout à créer une barrière pour arrêter l'exsudation de matière grasse de l'amande pour éviter de tacher la surface de celle ci.

15 Cette étape est effectuée en turbine chauffée, récipient sphérique généralement en cuivre sur axe incliné, et dure entre 30 min et 45 min.

On solubilise respectivement 500g de gomme arabique et 500 g d'hétéroxylanes à chaud dans 2 kg d'eau, pour obtenir respectivement une solution aqueuse de gomme arabique et d'hétéroxylanes.

20 On ajoute progressivement 500g de sirop de sucre sur l'amande pour favoriser ultérieurement la répartition de la gomme arabique et de l'hétéroxylane sur l'amande.

On additionne ensuite progressivement sur l'amande la solution aqueuse de gomme arabique ou la solution aqueuse d'hétéroxylanes.

25 On sèche en continu les amandes dans la turbine en mouvement par injection d'air chaud.

Un deuxième gommage peut être effectué par sécurité pour que le film à la surface soit régulier et très homogène.

Les produits obtenus à l'issue de l'étape de gommage sont ensuite étuvés à environ 40°C pendant environ 24 heures à environ 72 heures.

-2- La seconde étape est le grossissage et a pour objectif de déposer différents sirops de sucre sur la surface de l'amande préalablement gommée tel que décrit au point -1- ci-dessus.

5 Cette succession de sirop de sucre permet d'obtenir la densité et la texture craquante et tendre de la dragée. Un arôme type vanille est ajouté pour enrichir la formulation.

On dépose progressivement à chaud un sirop de sucre à 38° brix sur le produit obtenu à l'issue de l'étape de gommage décrite au point -1- ci-dessus, puis on sèche. On dépose ensuite progressivement à chaud un sirop de sucre à 37° brix puis on sèche. Les étapes de dépôts
10 progressifs de sirops de sucre sont répétées jusqu'à ce que l'on obtienne un brix de 32°.

Toutes les étapes de dépôts de sirop de sucre sont effectuées à chaud. L'ensemble des étapes de dépôts de sirop de sucre peut durer plusieurs heures. Les produits sont ensuite refroidis et laissés à une stabilisation pendant 24 heures.

-3- La troisième étape est le lissage qui permet de donner à la dragée un aspect lisse.

15 Un sirop de sucre à faible brix (32°) est utilisé par dépôt sur l'amande enrobée telle qu'obtenue à l'issue de l'étape de grossissage décrite au point -2- ci-dessus. De l'amidon de maïs ou de l'oxyde de titane peuvent être utilisés pour blanchir le produit. L'ensemble (sirop à faible brix + amidon + oxyde de titane) est solubilisé à chaud avant dépôt sur l'amande. L'opération est effectuée à froid avec injection d'air dans la turbine.

20

B) Résultats.

Les différentes dragées sont évaluées après 3 semaines de stockage à température ambiante.

	Témoin (gomme arabique)	Invention (hétéroxylanes)
- Intensité de la blancheur	Très blanc	Très blanc
- Présence de tâches ou marbrures	Absence	Absence
- Brillance	Oui	Oui
- Brisures	Non	Non
- Dureté à l'attaque & croquant en bouche	Bien	Bien

25 Les dragées préparées avec l'hétéroxylane et avec la gomme arabique présentent les mêmes caractéristiques au niveau des caractéristiques définies ci-dessus. Cependant les hétéroxylanes de sons de maïs présentent en outre l'avantage, par rapport aux gomm

utilisées actuellement, d'avoir une structure très stable et des propriétés constantes, quelle que soit l'origine du maïs utilisé ou le mode d'extraction alcaline utilisé. En effet, une analyse de différents échantillons de sons de maïs, issus de différentes variétés de maïs a montré que, quelle que soit la variété de maïs envisagée, on obtient des hétéroxylyanes possédant une structure stable et des propriétés constantes. La « structure stable » de l'hétéroxylyane signifie
5 notamment qu'il présente une structure stable par rapport aux variations de pH, de température, par rapport au cisaillement et autres agressions rencontrées dans les procédés agro-industriels.

Un autre avantage présenté par l'hétéroxylyane est qu'il est naturel, c'est-à-dire qu'il est
10 extrait avec des procédés relativement simples, parfaitement en accord avec la législation, et qu'il n'a pas subi de modifications chimiques.

L'hétéroxylyane présente en outre l'avantage d'être issu de sons de maïs, largement disponible en Europe, et n'est donc pas soumis aux aléas des ruptures d'approvisionnement rencontrés avec la gomme arabique importée du Soudan. Les résultats de l'invention
15 permettent de proposer une alternative fiable longtemps recherchée par la profession.

Les résultats obtenus sur les amandes sont également obtenus sur d'autres noyaux à enrober : billettes extrudées, amandes, noisettes et autres fruits secs, dragées tendres, chocolat etc...

20 **EXEMPLE III : UTILISATION DES HETEROXYLANES POUR PELLICULER DES SEMENCES.**

Selon un mode de réalisation avantageux de l'invention, les hétéroxylyanes permettent une fixation durable des traitements phytosanitaires sur les semences, leur solubilité à l'eau
25 assurant une hydratation correcte de la semence et une libération rapide des principes actifs dans la rhizosphère. Les hétéroxylyanes présentent l'avantage d'être moins visqueux que les pelliculants employés actuellement tels que les pelliculants cellulosiques, ce qui permet d'augmenter la quantité d'hétéroxylyanes par semence, et donc une meilleure adhésion des hétéroxylyanes et du produit phytosanitaire sur la semence. L'autre avantage du pelliculant
30 hydrophile de l'invention par rapport aux pelliculants cellulosiques est qu'il ne génère pas d'asphyxie de la semence, et donc une diminution du pourcentage de semences levées, lorsqu'on augmente la dose d'hétéroxylyanes appliquée. Le pelliculant hydrophile de l'invention permet également une réduction considérable de la toxicité, vis à vis de la jeune

plante, de certains fongicides ou insecticides appliqués sur les semences, comme le montre l'exemple ci-dessous.

I) Vérification de l'innocuité des hétéroxylnes vis à vis de la levée des semences.

5 Afin d'évaluer la toxicité des hétéroxylnes sur la levée des semences, les performances germinatives des trois échantillons suivants :

- semences non pelliculées (GN),
 - semences pelliculées avec un pelliculant industriel (Sépiret 1039 G),
 - semences pelliculées selon l'invention à l'aide d'hétéroxylnes,
- 10 ont été comparées.

Les trois échantillons ci-dessus constituent les trois modalités étudiées.

Le pelliculant industriel, commercialisé par la société SEPPIC sous la dénomination Sépiret 1039G, est un pelliculant cellulosique, et est dénommé dans ce qui suit « pelliculant classique ».

15 La préparation du pelliculant de l'invention à base d'hétéroxylnes, est décrite ci-dessous. Les différents constituants du pelliculant de l'invention sont introduit sous agitation mécanique :

Composition pondérale (%)

20	- Eau	20
	- Agent de charge	17
	- Pigment	16
	- Solution aqueuse d'hétéroxylnes contenant 12% d'hétéroxylnes secs	47

25 Pour chaque pelliculant (pelliculant classique à base de cellulose et pelliculant de l'invention à base d'hétéroxylnes), une « bouillie » est constituée en mélangeant l'eau et le pelliculant à l'aide d'une turbine.

Les compositions et quantités de bouillies utilisées (g) pour traiter 300 g de semences sont données ci-dessous.

	Bouillie de l'invention	Bouillie classique
Eau	66 g	105 g
Pelliculant :		
- à base d'hétéroxylnes ou,	60 g	
- Sépiret 1039G		21 g
Total (eau + pelliculant)	126 g	126 g

Chaque bouillie de traitement est appliquée sur 300 g de semences dans un lit d'air fluidisé (de type Glatt) par pulvérisation séchage. Les paramètres d'application de la bouillie de traitement sur les semences sont les suivants :

	Bol :	Wurster
5	Température d'entrée :	40°C
	Température de sortie :	30°C
	Pression de pulvérisation :	1,7 bars
	Débit de pulvérisation :	12 ml/min

Après application de la bouillie, les semences ainsi pelliculées sont stockées environ
10 une semaine à 20°C avant d'être testées quant à leur qualité germinative.

La levée est évaluée dans un test en sable humidifié à 4% ou 9% d'eau à 20°C en chambre climatique. Pour chaque modalité, quatre répétitions de 100 semences sont effectuées dans un dispositif expérimental bloc.

Les résultats obtenus sont exprimés en pourcentage de semences levées, respectivement
15 pour le chou (tableau 1), la chicorée (tableau 2) et les carottes (tableau 3).

Les initiales « GN » signifient « graines nues », c'est-à-dire qu'il s'agit de semences non pelliculées, n'ayant subi aucun traitement.

Tableau 1

CHOUX							
4 %	GN	Pelliculant classique	Pelliculant de l'invention	9%	GN	Pelliculant classique	Pelliculant de l'invention
5j	40	40	38	5j	28	29	29
7j	77	84	87	7j	79	81	80
11j	87	92	94	11j	88	90	88

20

Tableau 2

CHICOREE							
4 %	GN	Pelliculant classique	Pelliculant de l'invention	9%	GN	Pelliculant classique	Pelliculant de l'invention
5j	48	59	61	5j	68	61	60
7j	61	74	75	7j	78	76	76
11j	70	80	81	11j	85	81	84

Tableau 3

CAROTTE							
4 %	GN	Pelliculant classique	Pelliculant de l'invention	9%	GN	Pelliculant classique	Pelliculant de l'invention
7j	23	28	21	7j	38	50	44
8j	55	60	58	8j	68	76	70
11j	91	91	92	11j	94	91	91

Les résultats obtenus sur les différentes semences (choux, chicorée, carottes) montrent que le polymère d'hétéroxylane formulé au sein d'un pelliculant n'induit aucun symptôme de phytotoxicité : les semences ainsi pelliculées lèvent à un taux et une vitesse équivalents à la graine nue.

II) Comparaison de l'effet de compositions filmogènes classique et de l'invention comprenant chacune un produit phytosanitaire, sur la levée des semences.

L'effet de l'hétéroxylane sur la levée des semences est étudié en présence des produits phytosanitaires suivants :

- insecticide commercialisé par Rhône-Poulenc Agrochimie sous la dénomination « Régent TS », contenant 500 g/l de fipronil (matière active) qui permet de protéger la carotte des attaques de la mouche de la carotte,
- insecticide commercialisé par Dow Agro Sciences sous la dénomination « Gigant TS », contenant 500 g/l de chlorpyrifos-éthyl (matière active), et qui permet de protéger le chou des attaques de la mouche du chou,
- fongicide commercialisé par Parthéna sous la dénomination « Pulsant TS pépite », contenant 40% en poids d'oxadixyl (matière active) et 16% de cymoxanil,

lesquels permettent de protéger les carottes de la maladie de la tache de la carotte qui endommagent les racines.

La composition du pelliculant de l'invention à base d'hétéroxylanes est identique à celle décrite dans le paragraphe I) ci-dessus (20% d'eau, 17% d'agent de charge, 16% de pigment, 47% d'une solution aqueuse d'hétéroxylanes contenant 12% d'hétéroxylanes secs.

Les bouillies de traitements sont constituées en mélangeant les éléments suivants à l'aide d'une turbine : eau, insecticide, pelliculant.

Les bouillies sont appliquées de la même façon et dans les mêmes conditions que ce qui a été décrit dans le paragraphe I) ci-dessus, par pulvérisation séchage autour de la semence. De même, la levée est évaluée comme décrit dans le paragraphe I) ci-dessus.

1) Effets sur la levée de semences de carottes de compositions filmogènes classique et de l'invention comprenant chacune l'insecticide Régent TS.

A) Les compositions et quantités des bouillies utilisées (g) pour traiter 300 g de semences de carottes à l'aide de l'insecticide Régent TS sont indiquées dans le tableau 4 ci-dessous, et les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 5 ci-après.

Tableau 4

(PMG=1,39)	Bouillie de l'invention	Bouillie classique
Eau	66 g	105 g
Insecticide Régent TS (500 g/L de fipronil)	50,6 g	50,6 g
Pelliculant : – à base d'hX ou, – Sépiret 1039G	60 g	21 g
Total (eau + insecticide+pelliculant)	176,6 g	176,6 g

Dans ce qui précède et dans ce qui suit, les initiales :

- « PMG » signifient « poids de mille graines » et,
- « hX » signifient « hétéroxyanes ».

La concentration en traitement insecticide Régent TS est identique dans les deux bouillies. La dose de matière active (fipronil) est de 96 µg/semence.

La quantité de pelliculant classique est appliquée à raison de 7% en poids par rapport au poids de semences nues.

La quantité de pelliculant à base d'hétéroxyanes est appliquée à raison de 21 µg d'hétéroxyanes sec/semence.

Les doses de matière sèche de pelliculant appliquées sont du même ordre de grandeur.

Les performances d'émergence (ou de levée) des semences de carottes traitées avec l'insecticide Régent TS appliqué à l'aide de deux pelliculants différents (pelliculant à base d'hétéroxyanes et pelliculant Sépiret 1039G) sont comparées.

Les résultats obtenus sont exprimés en pourcentage de semences levées et sont regroupés dans le tableau 5 ci-dessous.

Dans les tableaux ci-dessous, les lettres a, b et c indiquent si les différentes valeurs obtenues respectivement pour :

- les semences non pelliculées (semence nue ou graine nue (GN)),

- les semences pelliculées à l'aide d'une composition filmogène classique, contenant un pelliculant classique et un insecticide,
 - les semences pelliculées à l'aide d'une composition filmogène de l'invention, contenant un pelliculant à base d'hétéroxyanes et un insecticide,
- 5 peuvent être considérées comme statistiquement différentes ou non.

Plus particulièrement, les modalités appartenant à un groupe donné -symbolisé par une lettre- sont considérées comme non différentes avec un risque de première espèce $\alpha = 0,05$ selon le test de Newman-Keuls (ITCF).

10 **Tableau 5**

		GN	pelliculant classique	pelliculant à base d'hX
dose pelliculant		0	7%	21 $\mu\text{g/s}$
dose fipronil ($\mu\text{g/s}$) (insecticide Régent TS)		0	96	96
sable	7j	27 a	10 b	27 a
4%	8j	45	17	46
30°C	11j	63 a	43 b	71 a

La durée de 11 jours représente le temps à l'issue duquel le pourcentage de semences levées présenté par les semences nues n'évolue plus. Lorsque le pourcentage de semences levées présenté par les semences nues n'évolue plus, il est dénommé pourcentage maximum de semences levées. Le maximum du pourcentage de semences levées est donc déterminé par les semences nues.

Les résultats obtenus indiquent que la présence de l'insecticide Régent TS induit un retard dans la levée des semences pelliculées avec un pelliculant classique, ce qui n'est pas le cas des semences pelliculées à l'aide du pelliculant de l'invention à base d'hétéroxyanes.

20 Les semences de carotte encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention (contenant des hétéroxyanes en association avec l'insecticide Régent TS) présentent, au moment où le pourcentage de semences levées présenté par les semences nues n'évolue plus (11j), un pourcentage de semences levées supérieur (71%) à celui présenté par les semences de carotte encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide des

compositions filmogènes classiques (contenant un pelliculant classique en association avec l'insecticide Régent TS) (43%).

Les semences de carotte pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention présentent un pourcentage maximum de semences levées atteint plus rapidement que dans les semences de carotte pelliculées à l'aide d'une composition filmogène classique.

Après 11 jours, le pourcentage de semences levées observé sur les semences de carottes pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention (71%) n'évolue plus. Ainsi, le maximum du pourcentage de semences levées des semences pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention est atteint au même moment que celui des semences nues. Le temps à l'issue duquel le pourcentage de semences levées des semences pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention n'évolue plus, est statistiquement non différent du temps à l'issue duquel le pourcentage de semences levées des semences nues n'évolue plus.

Les semences de carotte pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention présentent, au moment où le pourcentage de semences levées des semences nues n'évolue plus, un pourcentage de semences levées statistiquement non différent (71%) de celui présenté par les semences nues (63%).

Par rapport au pelliculant témoin, l'utilisation d'hétéroxyanes pour appliquer le traitement phytosanitaire permet une nette limitation des symptômes de phytotoxicité.

B) Les compositions et quantités des bouillies utilisées (g) pour traiter 300g de semences de carottes à l'aide de l'insecticide Régent TS sont indiquées dans le tableau 6 ci-dessous, et les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 7 ci-dessous.

Tableau 6

(PMG =1,57)	Bouillies de l'invention			Bouillie classique
	Bouillie n°1	Bouillie n°2	Bouillie n°3	
Eau	97	89	65	105
Insecticide Régent TS (500 g/L de fipronil)	89,6	89,6	89,6	89,6
Pelliculant :				
– à base d'hX ou,	10,2	20,1	38,2	
– Sépiret 1039G				21
Total (eau + insecticide+pelliculant)	196,8	198,7	192,8	215,6

La dose de matière active (fipronil) est de 192 $\mu\text{g/s}$ semence ($\mu\text{g/s}$).

La quantité de pelliculant classique est appliquée à raison de 7% en poids par rapport au poids de semences nues.

La quantité de pelliculant à base d'hétéroxylyanes dans les trois compositions filmogènes de l'invention est appliquée respectivement à raison de 10,7 μg d'hétéroxylyanes sec/semence (bouillie n°1), 21 μg d'hétéroxylyanes sec/semence (bouillie n°2) et 40 μg d'hétéroxylyanes sec/semence (bouillie n°3).

Les doses de pelliculants appliquées sont du même ordre de grandeur.

Les performances d'émergence des semences de carottes traitées avec l'insecticide Régent TS appliqué à l'aide de deux pelliculants différents (pelliculant à base d'hétéroxylyanes et pelliculant Sépiret 1039G) sont comparées.

Les résultats obtenus sont exprimés en pourcentage de semences levées et sont regroupés dans le tableau 7 ci-dessous.

Tableau 7

dose pelliculant	GN	pelliculant classique	Pelliculant à base d'hétéroxylyanes		
	0	7%	10,7 $\mu\text{g/s}$	21 $\mu\text{g/s}$	40 $\mu\text{g/s}$
Dose fipronil ($\mu\text{g/s}$)	0	192	192	192	192
Sable4% 30 °C	7 j	55 a	28 c	49 ab	42 abc
	8 j	75	50	70	65
	12 j	93 a	81 c	93 ab	91 ab

La durée de 12 jours représente le temps à l'issue duquel le pourcentage de semences levées présenté par les semences nues n'évolue plus.

Les résultats obtenus indiquent que la présence de l'insecticide Régent TS induit un retard dans la levée des semences pelliculées avec un pelliculant classique mais également dans la levée des semences pelliculées à l'aide du pelliculant de l'invention à base d'hétéroxylyanes. Cependant, le retard induit par le produit phytosanitaire est plus vite compensé avec les semences pelliculées à l'aide du pelliculant de l'invention à base d'hétéroxylyanes qu'avec les semences pelliculées avec un pelliculant classique (Sépiret 1039G).

Les semences de carotte encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention (contenant des hétéroxylanes en association avec l'insecticide Régent TS) présentent, au moment où le pourcentage de semences levées présenté par les semences nues n'évolue plus (12j), un pourcentage de semences levées supérieur
 5 (respectivement de 93% dans la bouillie n°1, 91% dans la bouillie n°2 et 90% dans la bouillie n°3) à celui présenté par les semences de carotte encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide des compositions filmogènes classiques (contenant un pelliculant classique en association avec l'insecticide Régent TS) (81%).

Les semences de carotte pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention
 10 présentent un pourcentage maximum de semences levées atteint plus rapidement que dans les semences de carotte pelliculées à l'aide d'une composition filmogène classique.

Les semences de carotte pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention présentent, au moment où le pourcentage de semences levées des semences nues n'évolue plus, un pourcentage de semences levées statistiquement non différent (respectivement de
 15 93% dans la bouillie n°1, 91% dans la bouillie n°2 et 90% dans la bouillie n°3) de celui présenté par les semences nues (93%).

C) Les compositions et quantités des bouillies utilisées (g) pour traiter 300g de semences de carottes à l'aide de l'insecticide Régent TS sont indiquées dans les tableaux 8 et
 20 9 ci-dessous, et les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 10 ci-dessous.

Tableau 8

Lot 1 (PMG = 1,4)	Bouillie de l'invention	Bouillie classique
Eau	89	105
Insecticide Régent TS (500 g/L de fipronil)	103,4	103,4
Pelliculant : - à base d'hX ou, - Sépiret 1039G	19,7	21
Total (eau + insecticide+pelliculant)	212,1	229,4

Tableau 9

Lot 2 (PMG = 0,6)	Bouillie de l'invention	Bouillie classique
Eau	89	105
Insecticide Régent TS (500 g/L de fipronil)	103,4	103,4
Pelliculant : - à base d'hX ou, - Sépiret 1039G	44,9	21
Total (eau + insecticide+pelliculant)	237,3	229,4

Dans les lots 1 et 2, la dose de matière active (fipronil) est de 192 µg/semence.

5 La quantité de pelliculant classique est appliquée à raison de 7% en poids par rapport au poids de semences nues.

La quantité de pelliculant à base d'hétéroxyanes dans la composition filmogène de l'invention est appliquée à raison de 10,7 µg d'hétéroxyanes sec/semence dans les lots 1 et 2.

10 Les performances d'émergence des semences de carottes traitées avec l'insecticide Régent TS appliqué à l'aide de deux pelliculants différents (pelliculant à base d'hétéroxyanes et pelliculant Sépiret 1039G) sont comparées respectivement pour le lot 1 et le lot 2.

Les résultats obtenus sont exprimés en pourcentage de semences levées et sont regroupés dans le tableau 10 ci-dessous.

Tableau 10

		Lot 1			Lot 2		
		GN	pelliculant classique	pelliculant à base d'hX	GN	pelliculant classique	pelliculant à base d'hX
		0	7%	10,7 µg/s	0	7%	10,7 µg/s
		0	192	192	0	192	192
sable 4% 30 °C	dose de pelliculant	34	20	23	20	12	19
	Dose de fipronil (µg/s)	50	32	41	40	23	39
		74 a	63 b	78 a	82 a	66 bc	81 a

15

La durée de 10 jours représente le temps à l'issue duquel le pourcentage de semences levées présenté par les semences nues n'évolue plus.

Les résultats obtenus avec le lot 1 indiquent que la présence de l'insecticide Régent TS induit un retard dans la levée des semences pelliculées avec un pelliculant classique mais également dans la levée des semences pelliculées à l'aide du pelliculant de l'invention à base d'hétéroxyloxyanes. Cependant, ce retard est plus vite compensé avec les semences pelliculées à l'aide du pelliculant de l'invention à base d'hétéroxyloxyanes qu'avec les semences pelliculées avec un pelliculant classique (Sépiret 1039G).

Les résultats obtenus avec le lot 2 indiquent que la présence de l'insecticide Régent TS induit un retard dans la levée des semences pelliculées avec un pelliculant classique, ce qui n'est pas le cas des semences pelliculées à l'aide du pelliculant de l'invention à base d'hétéroxyloxyanes.

Les semences de carotte pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention (contenant des hétéroxyloxyanes en association avec l'insecticide Régent TS) présentent, au moment où le pourcentage de semences levées présenté par les semences nues n'évolue plus (10j), un pourcentage de semences levées supérieur (respectivement de 78% pour le lot 1, et 81% pour le lot 2) à celui présenté par les semences de carotte pelliculées à l'aide des compositions filmogènes classiques (contenant un pelliculant classique en association avec l'insecticide Régent TS) (respectivement de 63% pour le lot 1 et 66% pour le lot 2).

Les semences de carotte pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention présentent un pourcentage maximum de semences levées atteint plus rapidement que dans les semences de carotte pelliculées à l'aide d'une composition filmogène classique.

Les semences de carotte pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention présentent, au moment où le pourcentage de semences levées des semences nues n'évolue plus, un pourcentage de semences levées statistiquement non différent (respectivement de 78% pour le lot 1 et de 81% pour le lot 2) de celui présenté par les semences nues (respectivement de 74% pour le lot 1 et de 82% pour le lot 2).

2) Effets sur la levée de semences de choux de compositions filmogènes classique et de l'invention comprenant chacune l'insecticide Gigant TS.

Les compositions et quantités des bouillies utilisées (g) pour traiter 300g de semences de choux à l'aide de l'insecticide Gigant TS sont indiquées ci-dessous dans le tableau 11 ci-dessous, et les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 12 ci-dessous.

Tableau 11

(PMG=4,5)	Bouillie de l'invention	Bouillie classique
Eau	95	105
Insecticide Gigant TS (500 g/L de chlorpyriphos-éthyl)	16,5	16,5
Pelliculant : - à base d'hX ou, - Sépiret 1039G	11,7	21
Total (eau + insecticide+pelliculant)	123,2	142,5

La dose de matière active (chlorpyriphos-éthyl) est de 110 µg/semence.

La quantité de pelliculant classique est appliquée à raison de 7% en poids par rapport au
5 poids de semences nues.

La quantité de pelliculant à base d'hétéroxyanes dans la composition filmogène de
l'invention est appliquée à raison de 21 µg d'hétéroxyanes sec/semence.

Les performances d'éclosion des semences de choux traitées avec l'insecticide Gigant
10 TS appliqué à l'aide de deux pelliculants différents (pelliculant à base d'hétéroxyanes et
pelliculant Sépiret 1039G) sont comparées.

Les résultats obtenus sont exprimés en pourcentage de semences levées et sont
regroupés dans le tableau 12 ci-dessous.

Tableau 12

		GN	pelliculant classique	pelliculant à base d'hX
dose pelliculant		0	7%	21 µg/s
chlorpyriphos-éthyl (µg/s) (insecticide)		0	110	110
sable 9% 10°C	15 j	68 a	21 c	37 bc
	18 j	77 a	60 b	77 a
	21 j	82 a	74 b	82 a

15

La durée de 21 jours représente le temps à l'issue duquel le pourcentage de semences
levées présenté par les semences nues n'évolue plus.

Les résultats obtenus indiquent que la présence de l'insecticide Gigant TS induit un retard dans la levée des semences pelliculées avec un pelliculant classique et celle des semences pelliculées à l'aide du pelliculant de l'invention à base d'hétéroxylanes. Cependant, le retard induit par le produit phytosanitaire est plus vite compensé avec les semences pelliculées à l'aide du pelliculant de l'invention à base d'hétéroxylanes qu'avec les semences pelliculées avec un pelliculant classique (Sépiret 1039G).

Les semences de choux encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention (contenant des hétéroxylanes en association avec l'insecticide Gigant TS) présentent, au moment où le pourcentage de semences levées présenté par les semences nues n'évolue plus (21j), un pourcentage de semences levées supérieur (82%) à celui présenté par les semences de choux encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide des compositions filmogènes classiques (contenant un pelliculant classique en association avec l'insecticide Régent TS) (74%).

Les semences de choux pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention présentent un pourcentage maximum de semences levées atteint plus rapidement que dans les semences de choux pelliculées à l'aide d'une composition filmogène classique.

Les semences de choux pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention présentent, au moment où le pourcentage de semences levées des semences nues n'évolue plus, un pourcentage de semences levées statistiquement non différent (82%) de celui présenté par les semences nues (82%).

2) Effets sur la levée de semences de carottes de compositions filmogènes classique et de l'invention comprenant chacune l'insecticide Pulsan TS Pepite.

Les compositions et quantités des bouillies utilisées (g) pour traiter 300g de semences de carotte à l'aide de l'insecticide Pulsan TS Pepite sont indiquées dans le tableau 13 ci-dessous, et les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 14 ci-dessous.

Tableau 13

(PMG=1,6)	Bouillies de l'invention		Bouillie classique
	Bouillie n°1	Bouillie n°2	
Eau	90	76	105
Insecticide Pulsan TS Pepite (40% d'oxadixyl)	11,9	11,9	11,9
Pelliculant : - à base d'hX ou, - Séporet 1039G	17	33,5	21
Total (eau + insecticide + pelliculant)	118,9	121,4	137,9

La dose de matière active (oxadixyl) est de 25 µg/semence.

La quantité de pelliculant classique est appliquée à raison de 7% en poids par rapport au poids de semences nues.

La quantité de pelliculant à base d'hétéroxyloxydans dans la composition filmogène de l'invention est appliquée à raison de 10,7 µg d'hétéroxyloxydans sec/semence (bouillie n°1) et 21 µg d'hétéroxyloxydans sec/semence (bouillie n°2).

Les performances d'émergence des semences de choux traitées avec l'insecticide Pulsan TS Pepite appliqué à l'aide de deux pelliculants différents (pelliculant à base d'hétéroxyloxydans et pelliculant Séporet 1039G) sont comparées.

Les résultats obtenus sont exprimés en pourcentage de semences levées et sont regroupés dans le tableau 14 ci-dessous.

Tableau 14

	Dose pelliculant	GN	pelliculant classique 7%	pelliculant à base d'hX	
		0		10,7 µg/s	21 µg/s
	oxadixyl (µg/s)	0	25	25	25
sable 9% 20 °C	7 j	27	12	22	19
	8 j	64 a	47 b	59 a	58 a
	12 j	93 a	89 b	92 a	93 a

La durée de 12 jours représente le temps à l'issue duquel le pourcentage de semences levées présenté par les semences nues n'évolue plus.

Les résultats obtenus indiquent que la présence de l'insecticide Pulsan TS Pepite induit un retard dans la levée des semences pelliculées avec un pelliculant classique mais également
5 dans la levée des semences pelliculées à l'aide du pelliculant de l'invention à base d'hétéroxyanes. Cependant, le retard induit par le produit phytosanitaire est plus vite compensé avec les semences pelliculées à l'aide du pelliculant de l'invention à base d'hétéroxyanes qu'avec les semences pelliculées avec un pelliculant classique (Sépiret 1039G).

10 Les semences de carotte encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention (contenant des hétéroxyanes en association avec l'insecticide Pulsan TS Pepite) présentent, au moment où le pourcentage de semences levées présenté par les semences nues n'évolue plus (12j), un pourcentage de semences levées supérieur (respectivement de 92% pour la bouillie n°1 et de 93% pour la bouillie n°2) à celui présenté
15 par les semences de carotte encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide des compositions filmogènes classiques (contenant un pelliculant classique en association avec l'insecticide Pulsan TS Pepite) (89%).

Les semences de carotte pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention présentent un pourcentage maximum de semences levées atteint plus rapidement par rapport à
20 celui des semences de carotte pelliculées à l'aide d'une composition filmogène classique.

Les semences de carotte pelliculées à l'aide des compositions filmogènes de l'invention présentent, au moment où le pourcentage de semences levées des semences nues n'évolue plus, un pourcentage de semences levées statistiquement non différent (respectivement de 92% pour la bouillie n°1 et de 93% pour la bouillie n°2) de celui présenté par les semences
25 nues (93%).

REVENDECATIONS

1. Utilisation d'hétéroxylanes pour la préparation d'une composition filmogène, caractérisée en ce que la composition filmogène comporte un agent
5 phytosanitaire, notamment choisi dans le groupe constitué par les engrais, les pesticides, les herbicides, les fongicides ou les insecticides, et est destinée à l'encapsulation, à l'enrobage ou au pelliculage de bulbes, d'oignons, de tubercules ou de semences, notamment de semences potagères choisies dans le groupe constitué par les semences de carotte, de tomate, de chou, de poireau, de chicorée, de betterave, de laitue, de
10 de courge, de concombre, d'épinard ou de haricot, ou de semences de grande culture choisies dans le groupe constitué par le maïs, le colza, le tournesol ou le blé; ou d'autres semences telles que les semences de tabac ou de fleurs.

2. Utilisation selon la revendication 1, dans laquelle les hétéroxylanes
15 proviennent notamment de sons de maïs, de seigle, de riz ou de leur mélange, et comprennent notamment du xylose et de l'arabinose.

3. Produits agro-industriels gommés, encapsulés, enrobés ou pelliculés à l'aide d'une composition filmogène comprenant des hétéroxylanes, provenant notamment de
20 sons de maïs, de seigle, de riz ou de leur mélange, et comprenant notamment du xylose et de l'arabinose, en association avec un agent phytosanitaire.

4. Produits selon la revendication 3, caractérisés en ce que les produits agro-industriels sont notamment choisis dans le groupe constitué par les bulbes, les oignons
25 ou les tubercules.

5. Composition filmogène caractérisée en ce qu'elle comprend :
– des hétéroxylanes, provenant notamment de sons de maïs, de seigle, de riz ou de leur mélange, et comprennent notamment du xylose et de l'arabinose et,
30 – un produit phytosanitaire, notamment choisi dans le groupe constitué par les engrais, les pesticides, les herbicides, les fongicides ou les insecticides.

6. Composition filmogène selon la revendication 5, caractérisée en ce qu'elle comprend en outre l'un au moins des éléments suivants :

- un agent de charge, notamment choisi dans le groupe constitué par la silice, l'argile, le carbonate de calcium ou le mica,
- 5 - un tensio-actif, notamment choisi dans le groupe constitué par la silicone, les alcools polyéthoxylés ou les alcools fluorés,
- un épaississant, notamment choisi dans le groupe constitué par les épaississants acryliques ou les polysaccharides,
- un plastifiant tel que le glycol,
- 10 - un colorant, notamment un pigment organique tel qu'un pigment azoïque (rouge orangé), arylamine (jaune), phtalocyanine (bleu, vert), le carmin de cochenille ou le rouge de betterave, ou un pigment minéral tel que l'oxyde de titane (blanc) ou l'oxyde de fer (rouge),
- un dispersant tel qu'un dispersant acrylique ou un hexaméthaphosphate de sodium,
- 15 - un antigel tel qu'un antigel de type glycolé,
- un anti-mousse siliconé ou les cires.

7. Composition selon l'une des revendications 5 ou 6, caractérisée en ce qu'elle comprend :

- une quantité d'hétéroxylanes d'environ 1% à environ 40% en poids par rapport au poids total de la composition, notamment d'environ 3% à environ 30%, et de préférence d'environ 5% à environ 20%,
- une quantité de produits phytosanitaires d'environ 5% à environ 60% en poids par rapport au poids total de la composition, notamment d'environ 10% à environ 50%,
- 25 - une quantité d'eau d'environ 50% à environ 80% en poids par rapport au poids total de la composition, notamment d'environ 60% à environ 70%.

8. Utilisation d'une composition filmogène selon l'une des revendications 5 à 7, pour l'encapsulation, l'enrobage ou le pelliculage de semences, notamment de semences potagères choisies dans le groupe constitué par les semences de carotte, de tomate, de chou, de poireau, de chicorée, de betterave, de laitue, de courge, de concombre, d'épinard ou de haricot, ou de semences de grande culture choisies dans le

groupe constitué par le maïs, le colza, le tournesol ou le blé, ou d'autres semences telles que les semences de tabac ou de fleurs;

permettant une utilisation d'une quantité contrôlée de produit phytosanitaire, tout en assurant aux semences encapsulées, enrobées ou pelliculées le maintien d'un pourcentage de semences levées statistiquement non différent de celui présenté par les semences nues.

9. Utilisation selon la revendication 8 dans laquelle, dans les semences encapsulées, enrobées ou pelliculées, le pourcentage de semences levées est, au moment où le pourcentage de semences levées des semences nues n'évolue plus, supérieur à celui présenté par les semences encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide d'une composition filmogène contenant un pelliculant classique et un produit phytosanitaire.

10. Utilisation selon la revendication 8 ou la revendication 9 dans laquelle, dans les semences encapsulées, enrobées ou pelliculées le pourcentage maximum de semences levées est atteint plus rapidement que dans les semences encapsulées, enrobées ou pelliculées à l'aide d'une composition filmogène contenant un pelliculant classique et un produit phytosanitaire.

11. Utilisation selon l'une des revendications 8 à 10 dans laquelle, dans les semences encapsulées, enrobées ou pelliculées, le pourcentage de semences levées est, au moment où le pourcentage de semences levées des semences nues n'évolue plus, statistiquement non différent de celui présenté par les semences nues.

12. Semence encapsulée, enrobée ou pelliculée à l'aide d'une pellicule obtenue par pulvérisation-séchage d'une composition filmogène selon l'une des revendications 5 à 7, ladite pellicule présentant notamment les propriétés suivantes :

- une teneur en eau d'environ 5% à environ 15%,
- une épaisseur d'environ 0,1 μm à environ 5 mm, notamment d'environ 0,5 μm à environ 1 mm, et de préférence d'environ 0,5 μm à environ 50 μm .

13. Semence encapsulée, enrobée ou pelliculée selon la revendication 12, notamment semence potagère choisie dans le groupe constitué par les semences de carotte, de tomate, de chou, de poireau, de chicorée, de betterave, de laitue, de courge,

de concombre, d'épinard ou de haricot, ou semence de grande culture choisie dans le groupe constitué par le maïs, le colza, le tournesol ou le blé, ou autre semence telle que les semences de tabac ou de fleurs,

ladite semence ainsi encapsulée, enrobée ou pelliculée présentant la propriété de maintenir un pourcentage de semences levées statistiquement non différent de celui présenté par les semences nues.

14. Produits agro-industriels gommés, encapsulés, enrobés ou pelliculés à l'aide d'une pellicule obtenue par pulvérisation-séchage d'une composition filmogène telle que définie dans l'une des revendications 5 à 7, ladite pellicule présentant notamment les propriétés suivantes :

- une teneur en eau d'environ 5% à environ 15%,
- une épaisseur d'environ 0,1 μm à environ 5 mm, notamment d'environ 0,5 μm à environ 1 mm, et de préférence d'environ 0,5 μm à environ 50 μm .

FIGURE 1

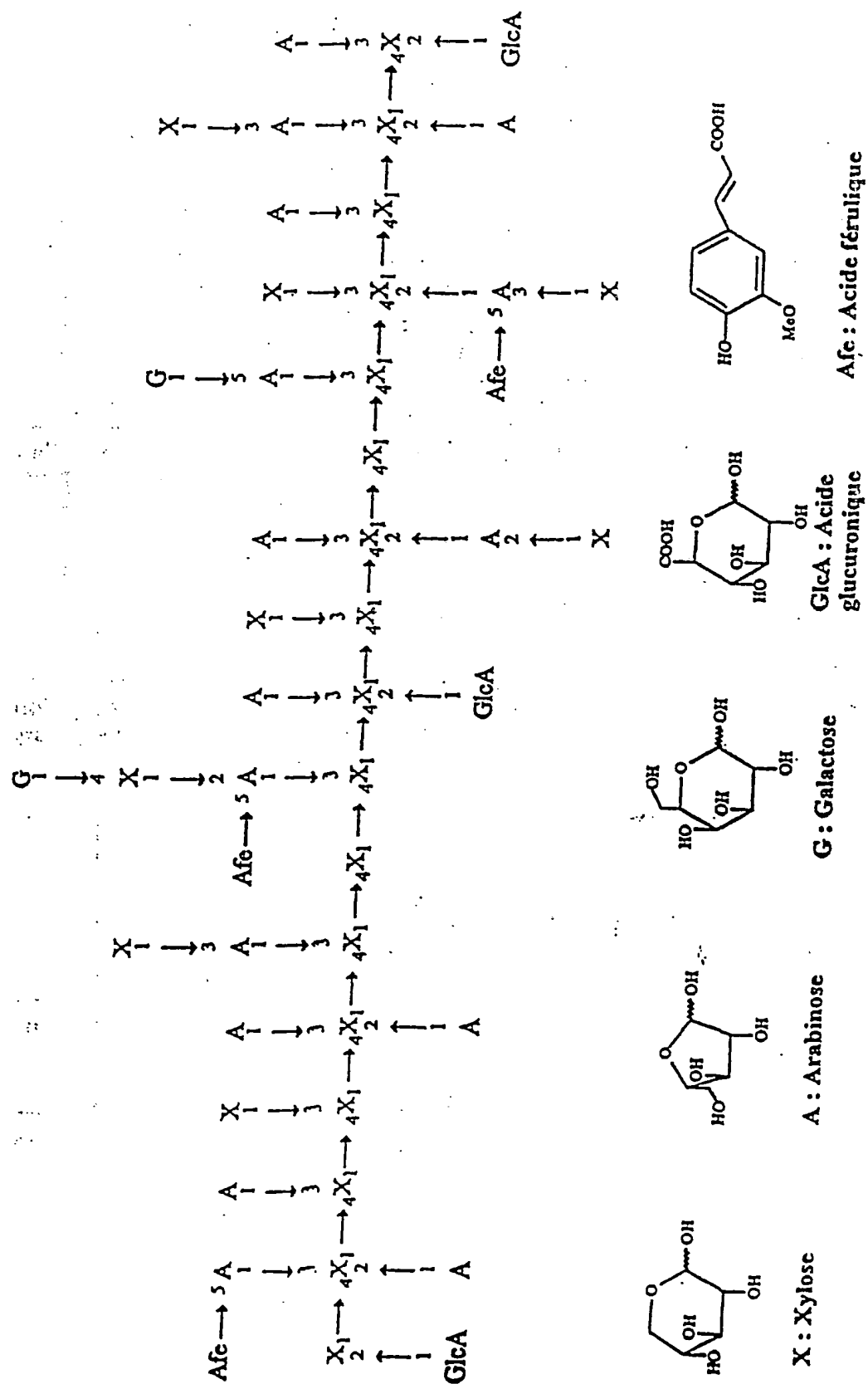
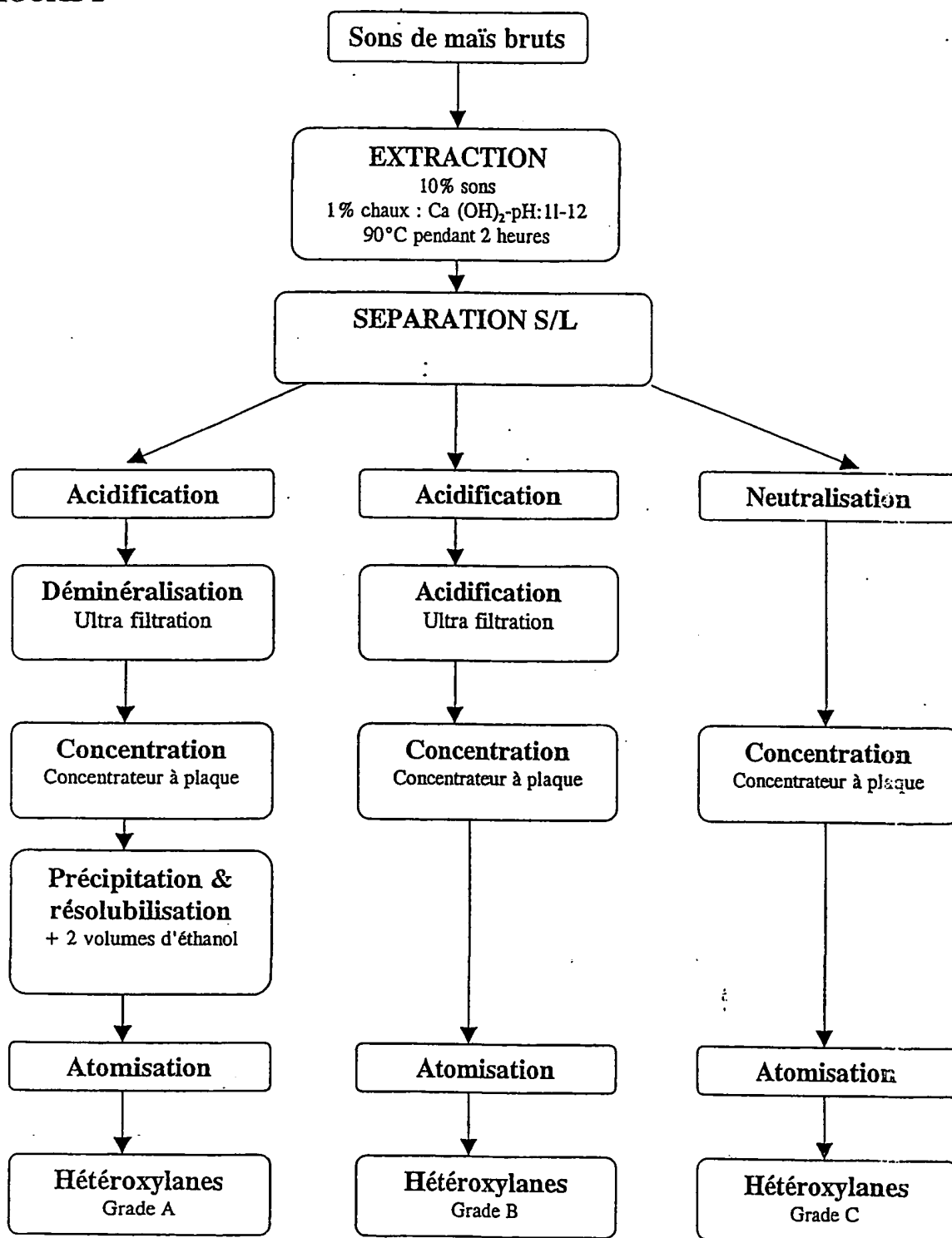


FIGURE 2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

T/FR 01/02313

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C09D105/14 A01C1/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 C09D A01C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

WPI Data, PAJ, CHEM ABS Data, CAB Data, EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP 0 612 789 A (SORGHO AGRO-INDUSTRIEL ET PAPETIER S.A.I.S. SOCIETE ANONYME) 31 August 1994 (1994-08-31) abstract column 6, line 55; example 1	1,3,5-8, 12-14
Y	WO 00 35277 A (NOVARTIS-ERFINDUNGEN VERWALTUNGSGESELLSCHAFT M.B.H.) 23 June 2000 (2000-06-23) claims 1,3,7	1,3,5-8, 12-14
A	WO 98 40413 A (NATIONAL STARCH AND CHEMICAL INVESTMENT HOLDING CORPORATION) 17 September 1998 (1998-09-17) abstract page 1, line 1 - line 12 page 16, line 4 - line 10 -/-	1

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

G document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

27 November 2001

Date of mailing of the international search report

05/12/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Mazet, J-F

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

/FR 01/02313

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 430 142 A (GLASSER ET AL.) 4 July 1995 (1995-07-04) column 1, line 26 - line 34 column 13, line 33 - line 44 -----	1
A	FR 2 758 332 A (ARDEVAL CHAMPAGNE ARDENNE) 17 July 1998 (1998-07-17) page 7, line 15 - line 17 page 7, line 31 - line 34 -----	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

FR 01/02313

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)	Publication date
EP 612789	A	31-08-1994	FR	2701956 A1	02-09-1994
			EP	0612789 A1	31-08-1994
WO 0035277	A	22-06-2000	WO	0035277 A1	22-06-2000
			AU	2613099 A	03-07-2000
			BR	9816102 A	04-09-2001
			EP	1139738 A1	10-10-2001
WO 9840413	A	17-09-1998	US	6147206 A	14-11-2000
			AU	736709 B2	02-08-2001
			AU	6575298 A	29-09-1998
			EP	1007572 A1	14-06-2000
			JP	2000509760 T	02-08-2000
			WO	9840413 A1	17-09-1998
US 5430142	A	04-07-1995	NONE		
FR 2758332	A	17-07-1998	FR	2758332 A1	17-07-1998
			WO	9831713 A1	23-07-1998

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande Internationale No

T/FR 01/02313

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 C09D105/14 A01C1/06

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 7 C09D A01C

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des journaux sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

WPI Data, PAJ, CHEM ABS Data, CAB Data, EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	EP 0 612 789 A (SORGHO AGRO-INDUSTRIEL ET PAPETIER S.A.I.S. SOCIETE ANONYME) 31 août 1994 (1994-08-31) abrégé colonne 6, ligne 55; exemple 1 ---	1,3,5-8, 12-14
Y	WO 00 35277 A (NOVARTIS-ERFINDUNGEN VERWALTUNGSGESELLSCHAFT M.B.H.) 23 juin 2000 (2000-06-23) revendications 1,3,7 ---	1,3,5-8, 12-14
A	WO 98 40413 A (NATIONAL STARCH AND CHEMICAL INVESTMENT HOLDING CORPORATION) 17 septembre 1998 (1998-09-17) abrégé page 1, ligne 1 - ligne 12 page 16, ligne 4 - ligne 10 ---	1

-/--

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

X document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

Y document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

Z document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

27 novembre 2001

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

05/12/2001

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5618 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Mazet, J-F

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US 5 430 142 A (GLASSER ET AL.) 4 juillet 1995 (1995-07-04) colonne 1, ligne 26 - ligne 34 colonne 13, ligne 33 - ligne 44	1
A	FR 2 758 332 A (ARDEVAL CHAMPAGNE ARDENNE) 17 juillet 1998 (1998-07-17) page 7, ligne 15 - ligne 17 page 7, ligne 31 - ligne 34	1

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Requête internationale No

/FR 01/02313

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 612789	A	31-08-1994	FR 2701956 A1 EP 0612789 A1	02-09-1994 31-08-1994
WO 0035277	A	22-06-2000	WO 0035277 A1 AU 2613099 A BR 9816102 A EP 1139738 A1	22-06-2000 03-07-2000 04-09-2001 10-10-2001
WO 9840413	A	17-09-1998	US 6147206 A AU 736709 B2 AU 6575298 A EP 1007572 A1 JP 2000509760 T WO 9840413 A1	14-11-2000 02-08-2001 29-09-1998 14-06-2000 02-08-2000 17-09-1998
US 5430142	A	04-07-1995	AUCUN	
FR 2758332	A	17-07-1998	FR 2758332 A1 WO 9831713 A1	17-07-1998 23-07-1998